



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO DE CIÊNCIAS FÍSICAS E MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA**

**ESTUDO DA OBTENÇÃO DE IMAGENS NO MICROSCÓPIO
ELETRÔNICO DE VARREDURA
E ESPECTROS NA MICROANÁLISE POR ENERGIA
DISPERSIVA**

UFSC / EMC / LabMat

Priscila Klauss

Orientadores: Prof. Dr. Silvia Denofre
Prof. Dr. Tereza Cristina Rezende de Souza
Co-orientadora: Prof. Dr. Ana Maria Maliska

Florianópolis, SC, Julho de 2003.

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO DE CIÊNCIA FÍSICAS E MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA**

**ESTUDO DA OBTENÇÃO DE IMAGENS NO MICROSCOPIO
ELETRÔNICO DE VARREDURA
E ESPECTROS NA MICROANÁLISE POR ENERGIA DISPERSIVA**

PRISCILA KLAUSS

**Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação de
Química Bacharelado da Universidade Federal de
Santa Catarina.**

Orientadores: Prof. Dr. Silvia Denofre
Prof. Dr. Tereza Cristina Rezende de Souza
Co-orientadora: Prof. Dr. Ana Maria Maliska

Florianópolis, SC, Julho de 2003.

Dedicatória

Dedico este trabalho aos meus maravilhosos pais, Vilson e Lígia. Agradeço por terem me dado a vida e me ensinado a segui-la com dignidade. Sei que abdicaram muitos de seus sonhos pelos meus e que por amor transformaram os meus nos seus.

Também a minha irmã, Ana Paula, que sempre me apoiou e me deu forças pra lutar.

Ao meu amor, Feijão. Agradeço por todo incentivo e por sempre caminharmos juntos.

Agradecimento

A Deus, por sempre iluminar meu caminho.

À Professora Ana Maria Maliska, pela dedicação e paciência em me transmitir o conhecimento em microscopia eletrônica de varredura.

Professoras Sílvia e Teresa pela orientação neste trabalho.

Aos amigos do Laboratório de Materiais, Misleine, Patrícia, Rafael, Carol, Carol H., Tati e Juliano, pelo companheirismo e amizade.

À Cláudia Lira pela colaboração em meu trabalho.

À Dinda Liane por ser a minha “Fada Madrinha”. Ao meu tio Alexandre Lago, por todo carinho e apoio dado.

À Cristina pelos nossos 17 anos de companheirismo.

Às minhas amigas de curso, pelos momentos de estudo e por ter aprendido muito com elas.

Sumário

Lista de Figuras.....	5
Lista de Abreviaturas.....	6
MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura.....	6
1.Introdução	7
2. Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)	7
2.1 Breve Histórico MEV.....	7
2.2 Componentes do MEV	8
2.3 Obtenção de Imagens.....	8
2.3.1. Interação de Elétrons com a Matéria.....	9
2.3.2. Imagem por Elétron Secundário (ES).....	11
2.3.3. Mecanismo de Contraste	11
3. Microanálise por Energia Dispersiva	13
3.1. Microanálise Elemental.....	13
3.1.1. Raio-X	14
3.1.2. Princípios da Microanálise por Energia Dispersiva	14
3.1.3. Níveis Atômicos de Energia	16
3.1.4. Análise Qualitativa.....	17
3.1.5. Análise Quantitativa	18
4. Métodos.....	18
5. Imagens Obtidas	19
6. Espectro Exemplo de EDS	23
7. Discussão.....	24
8. Conclusão	25
9. Bibliografia.....	25

Lista de Figuras

Figura 1: Interação elétron e Amostra	7
Figura2: Variação do coeficiente de emissão com o número atômico.....	11
Figura3: Esquema do espectrômetro de dispersão de energia (EDS)	13
Figura4: Esquema dos níveis atômicos de energia de um átomo demonstrando a excitação das camadas K,L,M e N e a formação de raios-X.....	14
Figura5: Micrografia do esmalte após ensaio esclerométrico	17
Figura6: Imagem de SE uma formiga.....	18
Figura7: Imagem de SE Corte transversal de uma folha.....	18
Figura8: Imagem de SE de cristais de cordierita	19
Figura9: Imagem de BSE da superfície do esmalte com formação de cristais poliédricos.....	20
Figura10: Imagem de BSE de revestimento cerâmico, revelando camadas constituintes.....	20
Figura11: Imagem de SE de aço 1045 com 0,45% de carbono.....	21
Figura12: Modelo de um espectro.....	22

Lista de Abreviaturas

MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura

SE ou ES – Elétrons Secundários

BSE ou ERE – Elétrons Retroespalhados

EDS ou EDX – Microanálise por Energia Dispersiva

1.Introdução

Este trabalho se insere dentro de um projeto que visa demonstrar o funcionamento do Microscópio Eletrônico de Varredura e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) durante a obtenção das imagens e da análise química.

A escolha da abordagem deste foi baseada no aprofundamento de um trabalho de iniciação científica que vem sendo desenvolvido pela autora desde o ano 2000. Após estar totalmente apta para operar este aparelho, o estágio em si se realizou com o estudo do funcionamento do microscópio, desenvolvendo o conhecimento aplicado.

O Microscópio Eletrônico de Varredura, MEV (Scanning Electron Microscope, SEM) é um equipamento versátil que permite a obtenção de informações estruturais e químicas de amostras diversas. Um feixe fino de elétrons de alta energia incide na superfície da amostra onde, ocorrendo uma interação, parte do feixe é refletida e coletada por um detector que converte este sinal em imagem de BSE (ou ERE) - imagem de elétrons retroespalhados - ou nesta interação a amostra emite elétrons produzindo a chamada imagem de ES (elétrons secundários). Ocorre também a emissão de raios-X que fornece a composição química elemental de um ponto ou região da superfície, possibilitando a identificação de praticamente qualquer elemento presente.

2. Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

2.1 Breve Histórico MEV

A microscopia eletrônica de varredura teve seu início com o trabalho de M. Knoll (1935), descrevendo a concepção do MEV⁽¹⁾.

De fato, o primeiro microscópio eletrônico de varredura para observação de amostras espessas foi construído em 1942 nos laboratórios da RCA usando o detector de elétrons secundários para obter a imagem. Em 1965 foi construído o primeiro MEV comercial e desde então muitos avanços têm sido feitos, principalmente em relação às fontes de elétrons, a parte eletrônica e computacional. A substituição do sistema

analogico pelo digital permite que as imagens sejam armazenadas e processadas facilmente. O advento dos microcomputadores e o desenvolvimento de programas específicos para operação e análise dos resultados facilitou ainda mais a utilização do MEV⁽¹⁾.

2.2 Componentes do MEV

O MEV consiste basicamente da coluna ótico-eletrônica (canhão de elétrons e sistema de demagnificação), da unidade de varredura, da câmara de amostra, do sistema de detectores e do sistema de visualização da imagem.

O canhão de elétrons é usado para a produção do feixe de elétrons com energia e quantidade suficiente para ser captado pelos detectores. Esse feixe eletrônico é então demagnificado por várias lentes eletromagnéticas, cuja finalidade é produzir um feixe de elétrons focado com um pequeno diâmetro numa determinada região da amostra. A obtenção deste feixe se dá através de um filamento, que é aquecido pela passagem de uma corrente elétrica, e que por efeito termoiônico causa a emissão de elétrons.

O filamento utilizado é feito por um material que precisa de baixa energia para emitir elétrons. No caso do tungstênio é possível obter uma boa emissão de elétrons⁽¹⁾.

2.3 Obtenção de Imagens

O MEV possui como características a obtenção de imagens de superfícies polidas ou rugosas, com grande profundidade de campo e aparência tridimensional tendo assim, uma fácil interpretação das imagens. Permite alcançar aumentos muitos grandes, podendo atingir até 900.000 vezes, dependendo do material, ou seja, suas limitações físicas que determinam a menor distância entre dois pontos que permita distingui-los separadamente. A essa distância chama-se de limite de resolução, e um aumento maior não revelará nenhum detalhe adicional da estrutura. O limite de resolução é a menor distância entre dois pontos que ainda podem ser distinguidos.

A imagem microscópica é caracterizada por três parâmetros: aumento, resolução e contraste⁽²⁾.

Para que haja formação de imagem, precisa-se de contraste. Denominamos de contraste a capacidade de distinguir traços característicos da estrutura sobre o plano de fundo. O contraste surge quando a radiação utilizada na formação da imagem interage com a matéria, no caso a amostra. Além da simples absorção ou reflexão de energia pela amostra existem vários outros mecanismos de geração de contraste em microscopia.

2.3.1. Interação de Elétrons com a Matéria

Quando o feixe de elétrons incide sobre a superfície da amostra analisada há uma interação com os átomos da mesma. Esta interação gera partículas e radiações tais como elétrons secundários, elétrons retroespalhados, raios-X característicos, elétrons Auger, fótons, etc, que podem ser usadas para formar uma imagem ampliada ou realizar análise química da amostra. O esquema da figura 1 demonstra esta interação⁽⁴⁾.

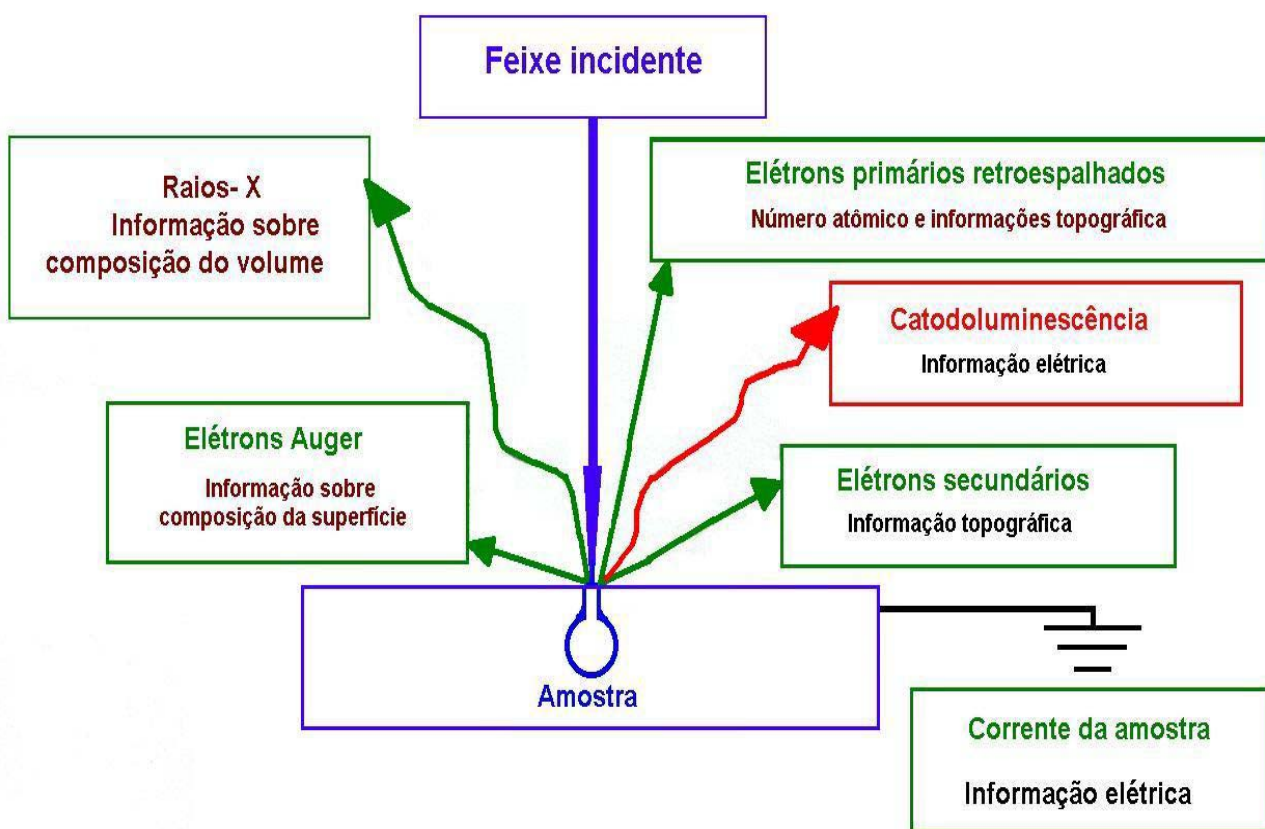


Figura 1 – Interações Elétron e Amostra

Há dois tipos de interações elétrons - amostra: espalhamento elástico (mudança de direção sem perda apreciável de energia) e espalhamento inelástico (perda de energia com pequena mudança de direção).

Espalhamento elástico ocorre principalmente pela interação entre os elétrons e o núcleo atômico⁽²⁾.

A força que atua sobre o elétron quando este se aproxima do núcleo é chamada de força de Coulomb, que é diretamente proporcional ao número atômico $Z^{(1)}$. Como a massa do núcleo é cerca de 1830 vezes a massa do elétron, o movimento do núcleo é muito pouco afetado pelo movimento do elétron. Este tipo de interação pode ocorrer com conservação de energia (interação elástica) e mudança de direção, podendo originar os ERE (elétrons retroespalhados).

Para amostras de baixo número atômico, a probabilidade de espalhamento é pequena, assim como a seção de choque; em consequência, os elétrons incidentes penetram profundamente, e são finalmente absorvidos pelo material, resultando poucos elétrons retroespalhados. Em amostras de alto número atômico é considerável o espalhamento próximo à superfície, e grande parcela dos elétrons escapa como retroespalhados⁽²⁾.

O elétron do feixe ao penetrar na amostra também irá interagir com os elétrons ao redor do átomo resultando num espalhamento inelástico do elétron e transferência de energia para o átomo. A maioria dos elétrons das camadas externa do átomo sofre este tipo de interação inelástica, pois estes elétrons requerem pouca energia para serem removidos⁽¹⁾.

Espalhamento inelástico é um fenômeno complexo, que engloba todos os casos em que o elétron incidente perde energia ao interagir com a matéria. Em contradição com espalhamento elástico, ocorre principalmente por interação com os elétrons orbitais da amostra. Estes processos (em geral combinados entre si) são responsáveis pela absorção dos elétrons incidentes, e a transformação de quase toda sua energia cinética em calor. Uma parte pequena, mas muito importante da energia, escapa sob a forma de raios-X e elétrons emitidos, de grande importância em microscopia⁽²⁾. O átomo excitado (o qual foi retirado um elétron), poderá captar um elétron que esteja se movendo na amostra, resultante de outras excitações ou elétrons provenientes do aterramento da amostra.

2.3.2. Imagem por Elétron Secundário (ES)

A imagem no MEV é o mapeamento das interações que ocorrem entre os elétrons e a superfície da amostra. Para tal, esta é varrida por um feixe colimado de elétrons (elétrons primários) e com o auxílio dos sinais secundários assim originados, a intensidade de um tubo catódico é modulada, originando a imagem do objeto.

As imagens obtidas com os ES (elétrons secundários) têm um aspecto muito semelhante à visualização com luz, devido a sua grande profundidade de campo e impressão tridimensional, sendo de fácil interpretação⁽²⁾.

Os elétrons secundários originam-se na interação inelástica com o feixe incidente, que arranca os elétrons da banda de condução, que são fracamente ligados. Esses elétrons passam a ser chamados de elétrons secundários, porque não advêm diretamente do feixe primário.

Os sinais dos elétrons secundários são os mais utilizados em Microscopia Eletrônica de varredura, pois este fornece imagem de maior resolução. Isto é devido ao volume de interação.

As interações elétron - amostra produzem elétrons secundários em todo o volume de interação, mas somente aqueles que são gerados bem próximos à superfície é que escaparão da amostra e contribuirão para o sinal, devido às interações inelásticas entre o elétron primário e a amostra.

Os elétrons secundários possuem baixa profundidade de escape, devido à baixa energia com que são produzidos. Os elétrons secundários que são produzidos no interior da amostra perdem muita energia até a superfície, devido ao espalhamento inelástico.

2.3.3. Mecanismo de Contraste

Em amostras de superfícies rugosas, os elétrons que são emitidos em um ponto onde não há obstrução na direção do detector, são praticamente todos captados e de grande contribuição para o sinal. Aqueles em que o caminho até o detector é obstruído, podem ser reabsorvidos pela amostra. Então se faz necessário a redução na voltagem

de aceleração do feixe de elétrons, produzindo um menor volume de interação e, conseqüentemente, um menor efeito de contraste.

Um tipo de contraste por voltagem é o fenômeno de carregamento. Este ocorre geralmente em amostras não condutora e que não foram recobertas com material condutor. As regiões não condutoras vão acumulando cargas negativas à medida que o feixe vai varrendo a superfície.

Para evitar este carregamento recobre-se a amostra com um material condutor (Au, C). Outra maneira é a diminuição da voltagem de aceleração no feixe de elétrons primários e o aumento da velocidade de varredura, pois os elétrons secundários dependem da voltagem do feixe.

2.3.4. Imagem por Elétrons Retroespalhados

Devido às seqüências de colisões elásticas e inelásticas, há o surgimento do sinal dos elétrons retroespalhados.

Uma parcela dos elétrons retroespalhados de alta energia é espalhada elasticamente o suficiente para voltar a emergir da superfície da amostra, e ser coletada por detector de elétrons, sendo poucas as informações adquiridas na imagem em relação com a profundidade de penetração do feixe de elétrons.

A razão entre o número de BSE (*backscattering* de elétrons) e o número total de elétrons do feixe é denominada coeficiente de BSE (η) e cresce com Z conforme o indicado no gráfico⁽¹⁾, demonstrado na figura 2. O mesmo não acontece com os ES, isto é, esta dependência não ocorre.

Analisando os resultados da Figura 2 a seguir, pode-se concluir que:

1. A emissão dos elétrons retroespalhados (η) aumenta com a composição do material. Este aumento é chamado contraste de composição.

2. Para grandes Z (acima de 50), a inclinação da curva $\eta \times Z$ diminui sendo assim, quanto maior o Z do material, menor o volume de interação e, conseqüentemente, maior a resolução.

É devido a estes mecanismos que é possível a distinção numa imagem das regiões com diferentes composições.

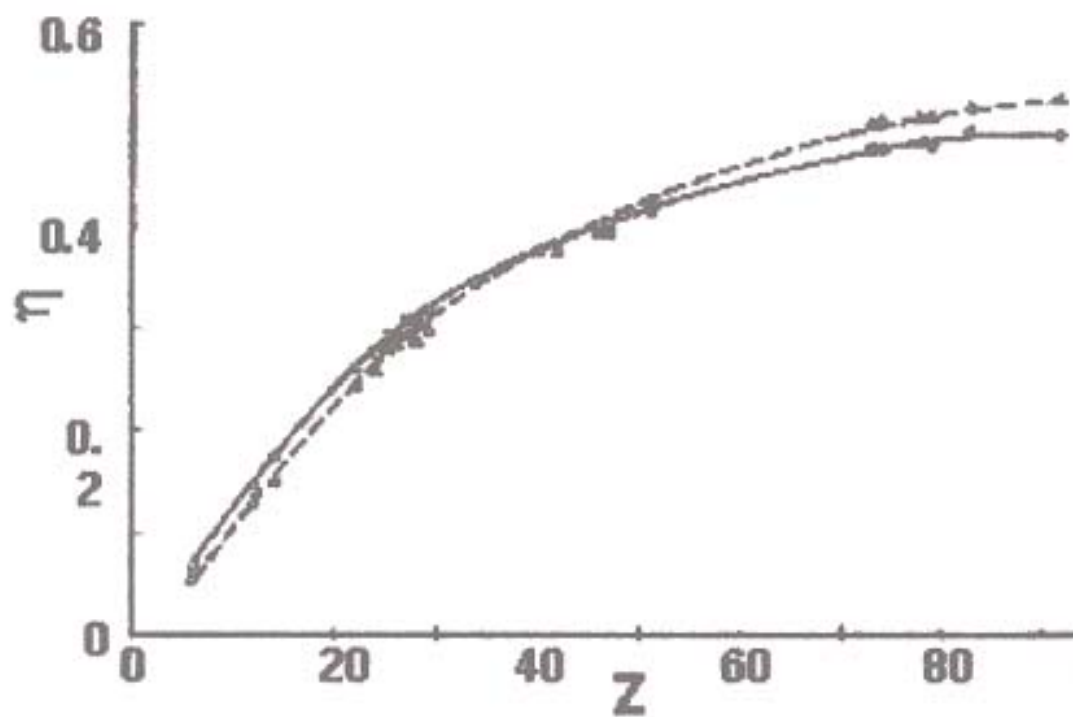


Figura 2 - Variação do coeficiente de emissão com o número atômico

3. Microanálise por Energia Dispersiva

3.1. Microanálise Elemental

Os estudos em Microanálise Elemental, ou seja, a análise de cada elemento presente na amostra, tiveram início em 1913 quando Moseley relacionou o comprimento de onda da radiação característica de raios-X com o elemento com o qual se originou, constituindo a base para o desenvolvimento da possibilidade de análise elemental de microrregiões de um material.

Quando o feixe eletrônico interage com a amostra, raios-X são emitidos e através da sua identificação determina-se a composição da região do material analisado⁽¹⁾.

Para um melhor entendimento do funcionamento da microanálise far-se-á um breve estudo sobre a origem dos raios-X.

3.1.1. Raio-X

A radiação contínua origina-se da desaceleração dos elétrons incidentes no campo de Coulomb do núcleo atômico. A aceleração de uma carga elétrica resulta, segundo as leis da termodinâmica, na emissão de radiação eletromagnética.

Radiação característica é produzida pela interação dos elétrons incidentes com elétrons de orbitais internos dos átomos do material. Para isto é necessário que o átomo seja ionizado pela ejeção de um elétron da órbita K, L, M. O átomo retorna para seu estado básico pela transição de um elétron externo para o orbital vazio interno. Nesta relaxação, o átomo perde energia pela emissão de um fóton de raios-X.

Quando há a relaxação, pode ocorrer dissipação por calor, frequências mais baixas, ou mesmo fenômenos diversos, como emissão de elétrons Auger. A fração de relaxação eletrônica que resulta em emissão de raios-X é o rendimento de fluorescência, que depende fortemente do número atômico e do orbital envolvido na ionização. Esta fração é importante na utilização de Raios-X para análise quantitativa⁽²⁾.

Nos espectros de energia dispersiva, os raios-X são organizados por ordem do baixo número atômico (baixa energia) para o mais elevado número atômico (alta energia).

Através do espectro de raios-X obtido na análise da amostra, pode-se obter informações qualitativas e quantitativas, em relação à composição.

3.1.2. Princípios da Microanálise por Energia Dispersiva

São baseados em um detector semicondutor, que emite um sinal proporcional à energia do fóton de raios-X incidente. Um esquema do detector encontra-se na figura 3.

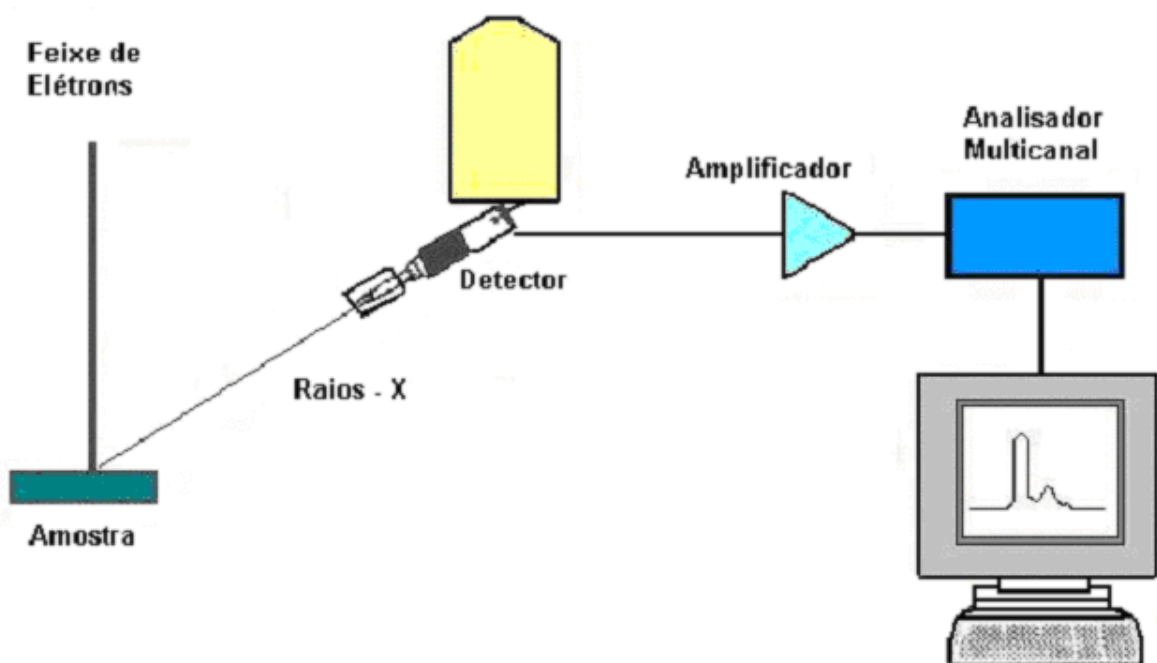


Figura 3 – Esquema do Espectrômetro de Dispersão de Energia - EDS

Feixes de raios-X atravessam a janela de polímero (boa transparência aos raios-X) e produzem um par de elétrons vazios em um cristal de silício dopado com lítio. A corrente assim gerada é pré-amplificada, e processada em um sistema eletrônico. Depois de amplificado, o sinal é encaminhado a um analisador multicanal, que pode ser visualizado como um banco de escaninhos, onde são acumuladas as contagens correspondentes à energia de cada fóton processado: esta contagem é representativa da proporção de cada elemento presente, e dá origem a um espectro. Como no EDS a intensidade dos raios-X incidentes é relativamente alta, o tempo de processamento de cada sinal deve ser considerado, e o sistema bloqueado contra novo evento até que o anterior tenha sido contabilizado. O detector é mantido à temperatura de nitrogênio líquido, para evitar a difusão do Li no Si, o que danificaria o detector; aloja-se também neste criostato o pré-amplificador de emissão de campo, que assim tem seu ruído de fundo consideravelmente diminuído⁽²⁾. O detector de Si é o mais utilizado, sendo este utilizado pela Philips, no microscópio modelo XL-30⁽¹⁾.

A microanálise por energia dispersiva tem como objetivo informar a composição química do material, fornecendo também a quantidade dos elementos contidos na amostra que está sendo analisada.

A formação de raios-X é o resultado da interação inelástica entre os elétrons primários e os elétrons das camadas internas do átomo ou com o núcleo. Esses raios-X podem ser gerados pela excitação de raios-X *Bremsstrahlung* ou raios-X contínuos ou pela ionização de camadas internas, obtendo os raios-X característicos.

3.1.3. Níveis Atômicos de Energia

Conforme se observa na figura 4, os elétrons ocupam níveis de energia específicos nas camadas. Os números quânticos principais n (K,L,M,N,...) descrevem os níveis de energia de cada átomo.

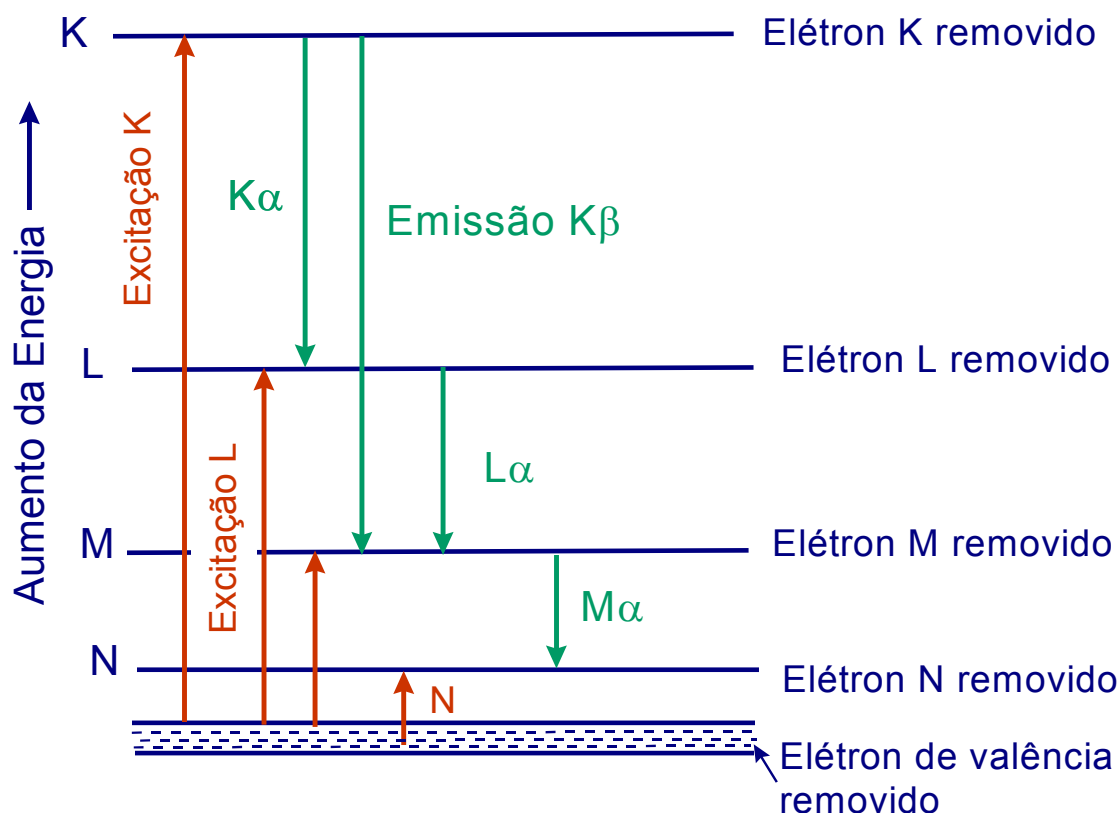


Figura 4 - Esquema dos níveis de energia de um átomo demonstrando a excitação das camadas K,L,M e N e a formação de raios-X $K\alpha$, $K\beta$, $L\alpha$ e $M\alpha$.

O princípio de exclusão de Pauli diz que dois elétrons não possuem a mesma série de número quântico e conseqüentemente a mesma energia.

As letras gregas α e β indicam a ordem da intensidade dos raios – x provenientes de uma determinada camada excitada.

Na espectrometria de raios-X, as letras K,L,M,N indicam a camada na qual ocorreu a ionização (quando o elétron é removido de uma camada interna e ejetado do átomo) de onde foi retirado o elétron e as letras gregas α,β , indicam a camada a partir da qual o elétron saiu para ocupar o vazio deixado pela ionização, sendo o α a mais provável.

Através da figura 4 observa-se que a radiação $K\alpha$ resulta da retirada de um elétron da camada K e saída de um elétron da camada L para ocupar esta posição. A radiação $K\beta$ ocorre quando um elétron da camada M se move para ocupar a posição na camada K. A radiação $K\beta$ sempre será levemente mais energética do que a $K\alpha$ e será sempre muito menos intensa⁽¹⁾.

Após a ionização há a relaxação do átomo. Isto ocorre através da transição dos elétrons de uma camada ou subcamada para a outra.

3.1.4. Análise Qualitativa

Esta análise tem como objetivo identificar os elementos presentes na amostra. Esta identificação é feita pela interpretação dos espectros, que constituem de picos e do *background* (ver exemplo figura 12). A altura aproximada dos picos fornece importantes informações na identificação do elemento. Por exemplo, a família K é formada por dois picos bastante definidos $K\alpha$ e $K\beta$. Quando estes estão bem definidos a razão entre os $K\alpha$ e $K\beta$ é aproximadamente 10:1 e esta razão deve ficar bem evidenciada na identificação do elemento.

Para que se faça a análise de um espectro de energia dispersiva é necessário observar alguns fatores como:

- a) A altura dos picos deve ser três vezes a altura do background, ou seja, tem que ter uma altura significativa para ser feita a análise. Sendo assim, é necessária uma longa contagem para que o espectro possa desenvolver corretamente.
- b) O espectrômetro deve ser calibrado freqüentemente.

3.1.5. Análise Quantitativa

Os raios-X emitidos da amostra, quando o feixe de elétrons incide sobre a mesma, possibilita a identificação dos elementos presentes no material, sendo possível analisar quantitativamente a composição da amostra até 1%.

Uma das características da microanálise química é o seu volume de interação, que dependendo do feixe de elétrons e da composição da amostra, possui dimensões lineares da ordem de 1 μm .

Para a análise a espécie deve ser homogênea em todo o volume de interação. A amostra deve ser plana com uma superfície polida, posicionada em um ângulo conhecido em relação ao feixe de elétrons e ao espectrômetro. Irregularidades na superfície da amostra, tamanho, forma, e inclinação da superfície, podem influenciar a interação dos elétrons e a propagação dos raios-X.

O procedimento para análise quantitativa do material analisado é realizado automaticamente com o uso de programas computacionais.

4. Métodos

Na preparação das amostras a serem analisadas no microscópio eletrônico de varredura, é necessário primeiramente verificar se a espécie é composta por material condutor, caso contrário, recobre-se com ouro ou carbono (bons condutores), como é o caso das cerâmicas e materiais orgânicos.

Depois de recobertas, as amostras são apoiadas em um suporte de metal e, quando necessário, estes são colados a uma fita de carbono. Faz-se também necessário, o contato da amostra com o suporte com prata, melhorando assim a imagem obtida. Todo este processo evita o carregamento da imagem, que é o resultado da captura de cargas pela amostra e não escoamento destas.

Este trabalho foi realizado na Universidade Federal de Santa Catarina, no Laboratório de Materiais (LabMat – EMC). O Microscópio Eletrônico de Varredura utilizado para estudo é da marca Philips, modelo XL 30. Acoplada ao MEV, encontra-se a Microsonda de Análise Química da marca EDAX.

Para o recobrimento das amostras com ouro, utilizou-se o aparelho SCD 005, fabricado por BAL-TEC.

5. Imagens Obtidas

O Microscópio Eletrônico de Varredura tem grande importância nos mais variados campos de pesquisa, como materiais, biologia, odontologia, etc.

Nesta parte serão apresentadas diversas imagens obtidas no Microscópio Eletrônico de Varredura, com o objetivo de demonstrar a sua grande aplicabilidade. Estas foram cedidas por usuários.

Não vamos nos ater a análise destes materiais, já que o trabalho tem como finalidade demonstrar as aplicações desta técnica e a sua importância para o estudo da microestrutura dos materiais e não pretende investigar o material correspondente às imagens obtidas.

As imagens demonstradas a seguir, foram obtidas no Microscópio Eletrônico de Varredura, já citado, utilizando-se também o detector de SE (elétrons secundários). Este detector é o mais utilizado em microscopia eletrônica de varredura, pois fornece a imagem de maior resolução, podendo ser observada a topografia da amostra.

Através do MEV, pode-se observar a micrografia do esmalte, após ser riscado em esclerômetro. Esta imagem permite que se avalie a dureza ao risco do material ⁽⁶⁾.

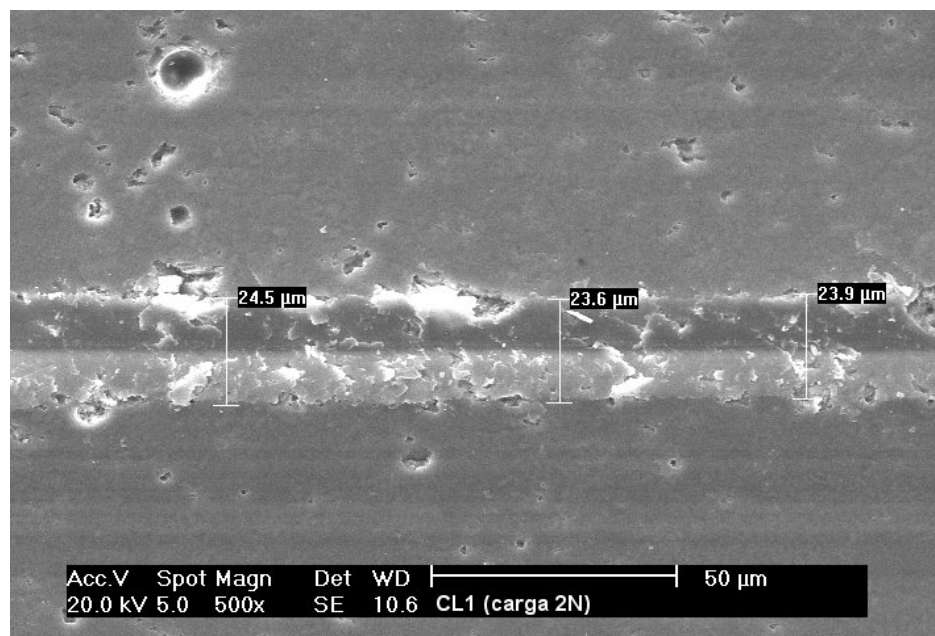


Figura 5 - Micrografia do esmalte, após ensaio esclerométrico.

As figuras 6 e 7 ilustram a importância do Microscópio Eletrônico para a Biologia. ⁽⁵⁾

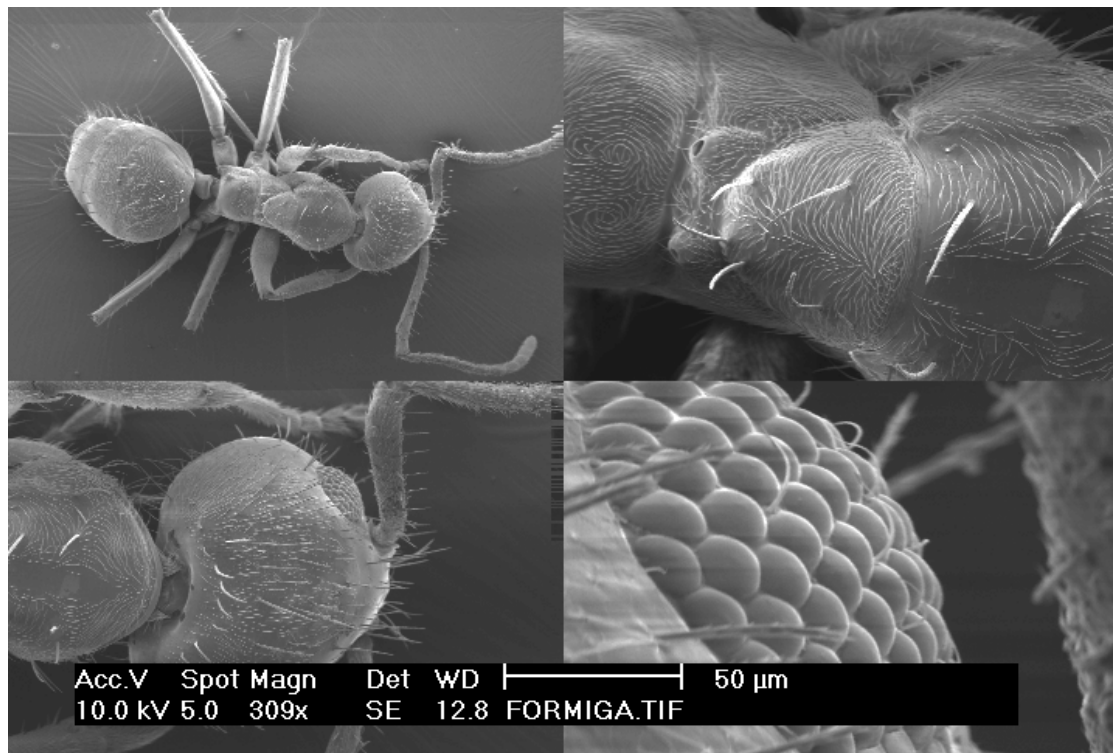


Figura 6- Imagem de uma formiga

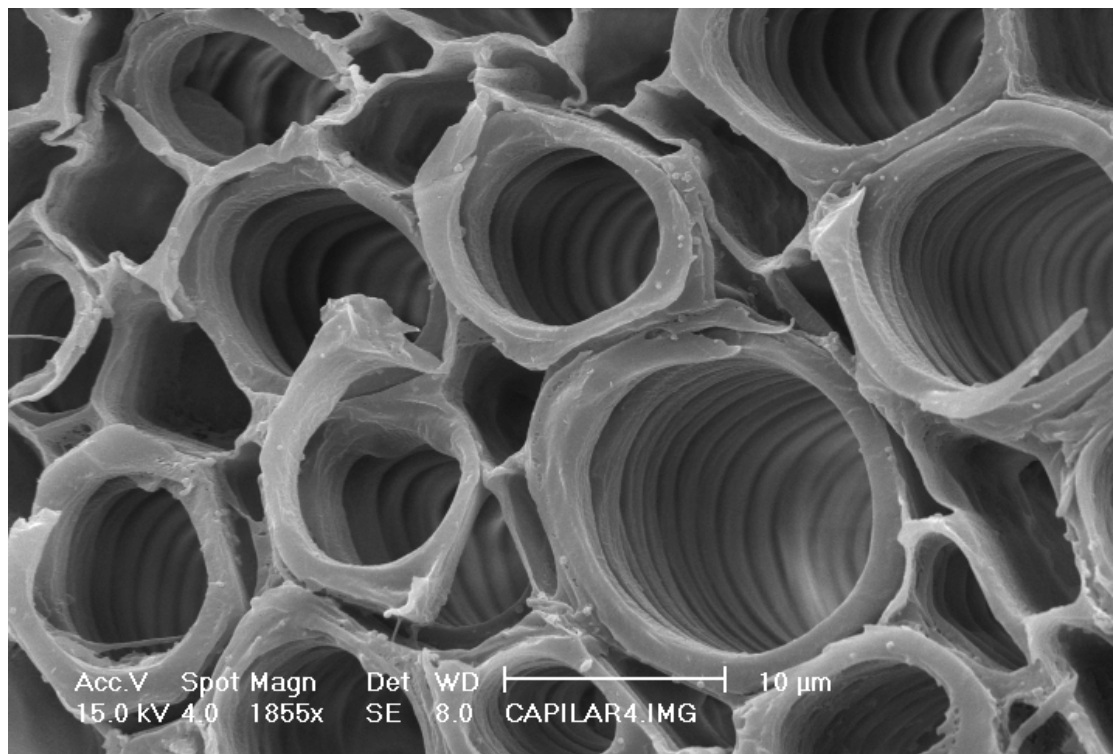


Figura 7 – Corte transversal de uma folha

A seguir, a micrografia de um vitrocerâmico, pode-se observar o crescimento de cristais de cordierita. ⁽⁶⁾

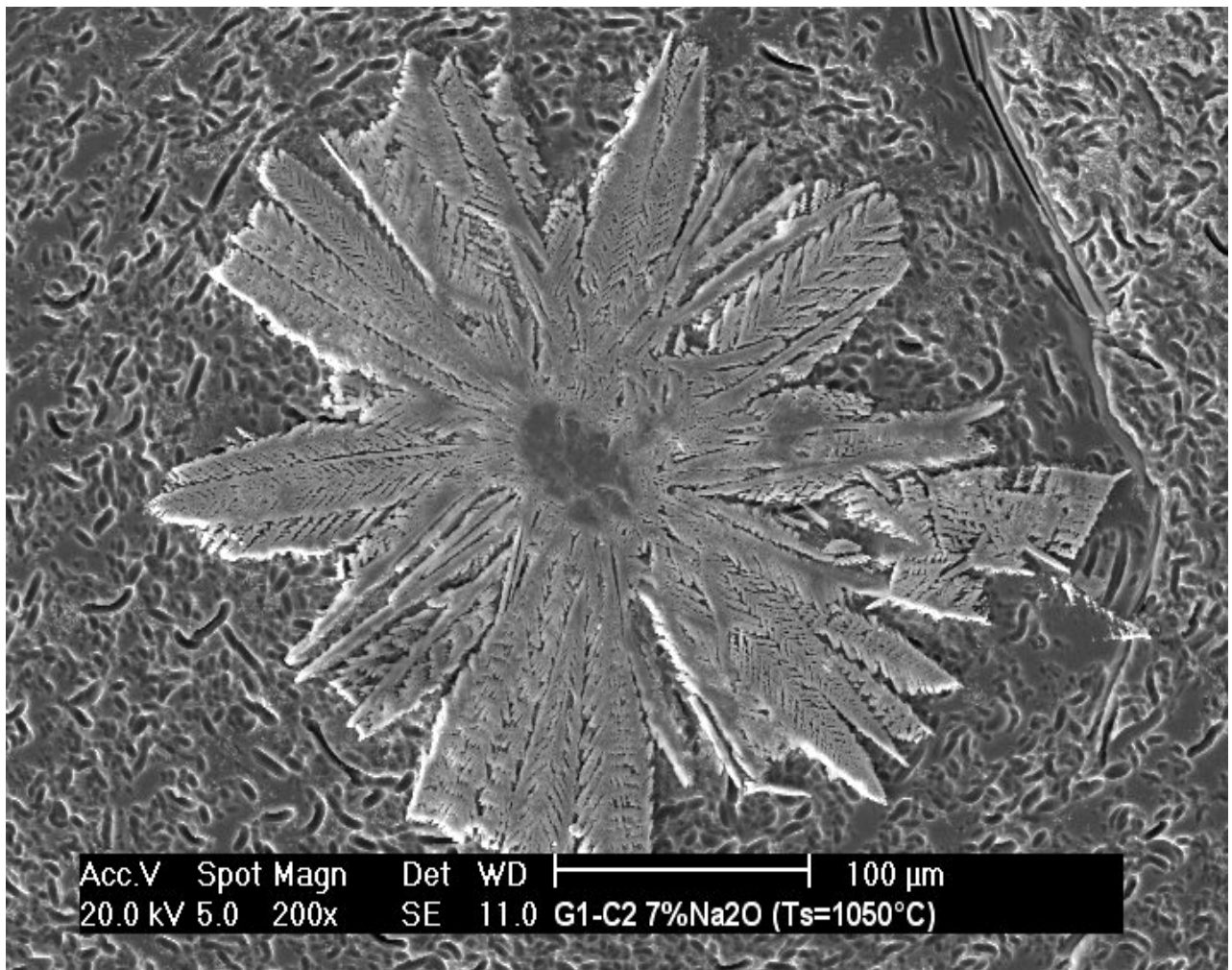


Figura 8 - Cristais de cordierita

Nas próximas imagens utilizou-se o detector de BSE (elétrons retroespalhados). Este fornece imagem característica de variação de composição da região de superfície.

Micrografia da superfície do esmalte. Observa-se a formação de cristais poliédricos.

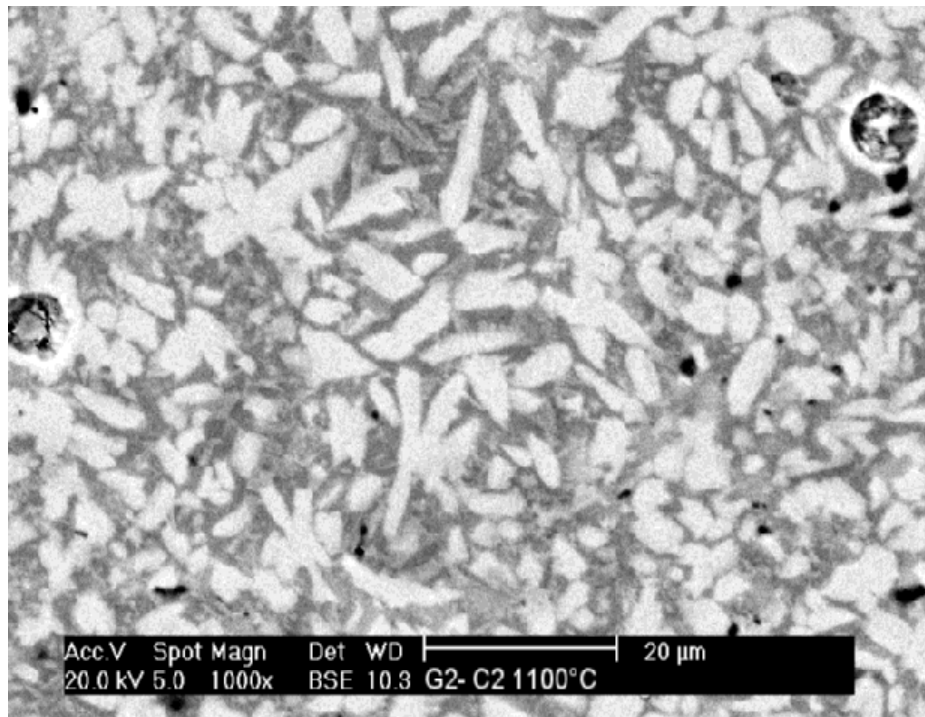


Figura 9 – Superfície do esmalte com formação de cristais poliédricos

Caracterização de um revestimento cerâmico esmaltado, revelando as diversas camadas constituintes, como suporte, esmalte⁽⁶⁾.

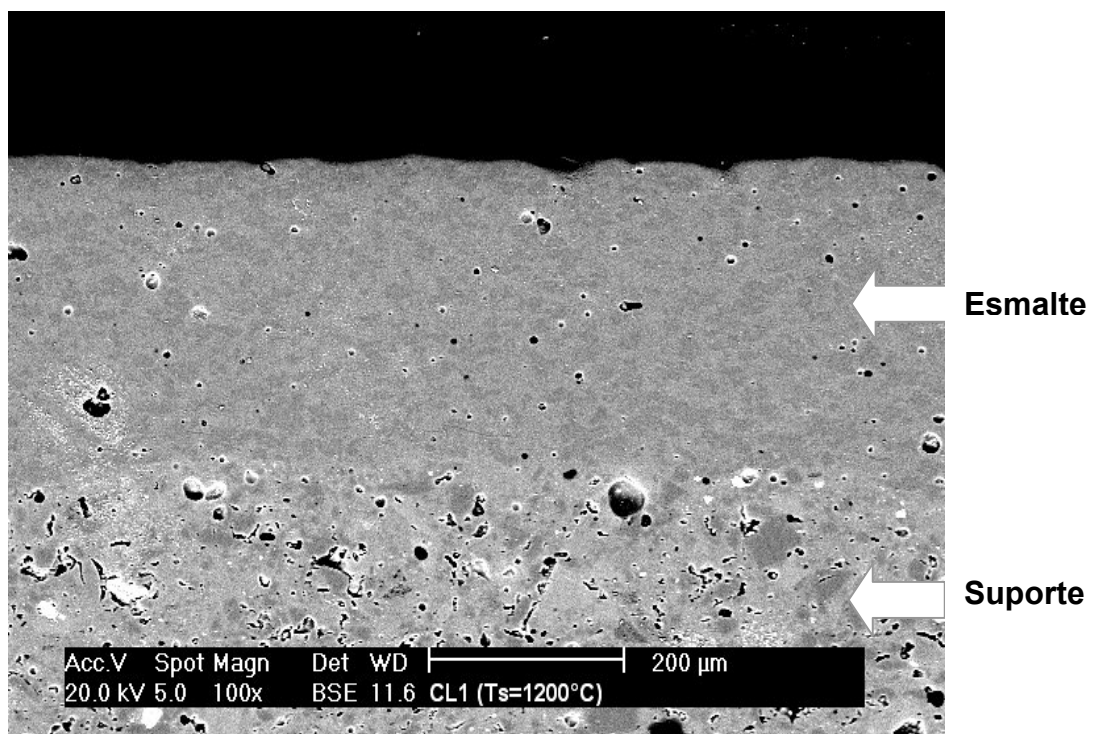


Fig.10 -Caracterização de revestimento cerâmico, revelando camadas constituintes.

Micrografia de um aço 1045 (Fe + 0,45% de carbono). O ataque químico evidencia os contornos de grão, as perlitas e as ferritas. Região mais clara indica a presença de ferrita e região escura a perlita. Devido ao aumento da imagem é possível observar na perlita as lamelas de cementita.

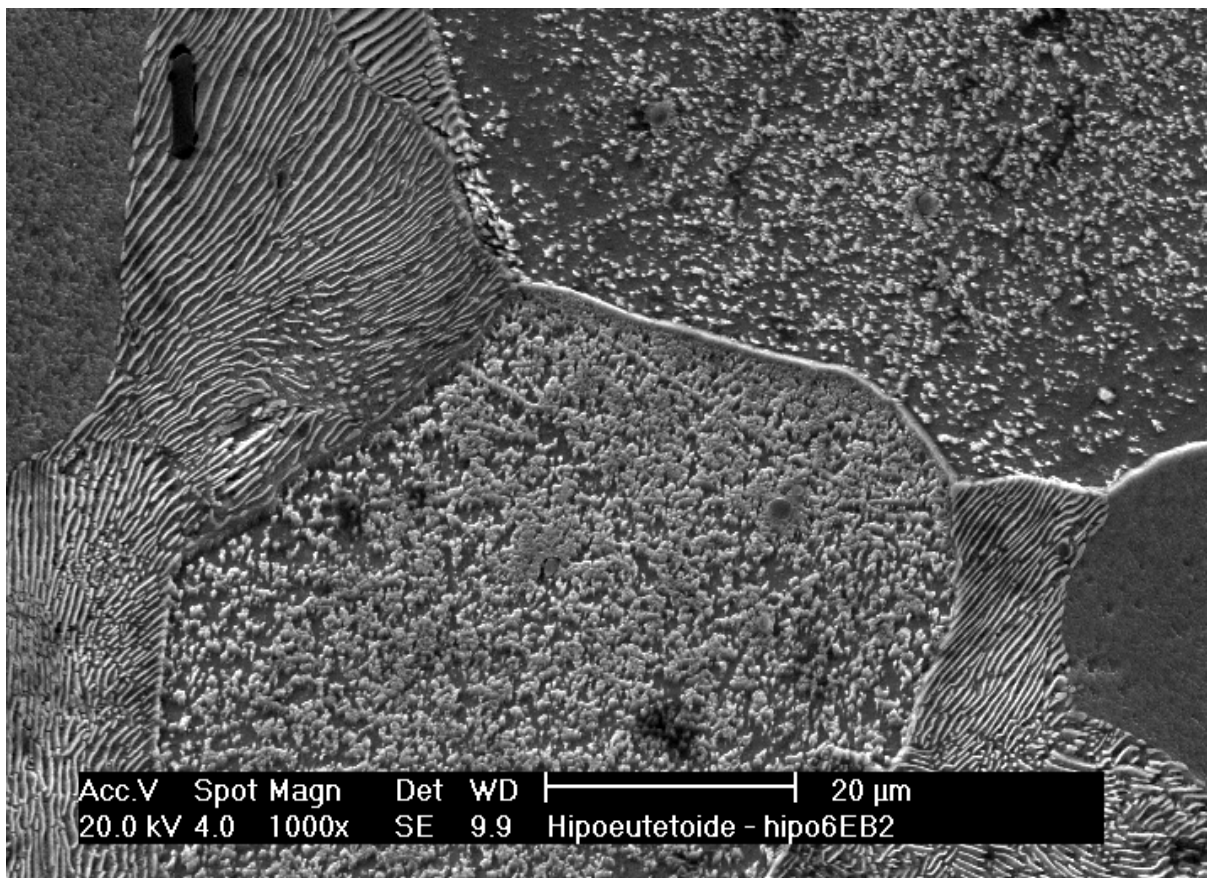
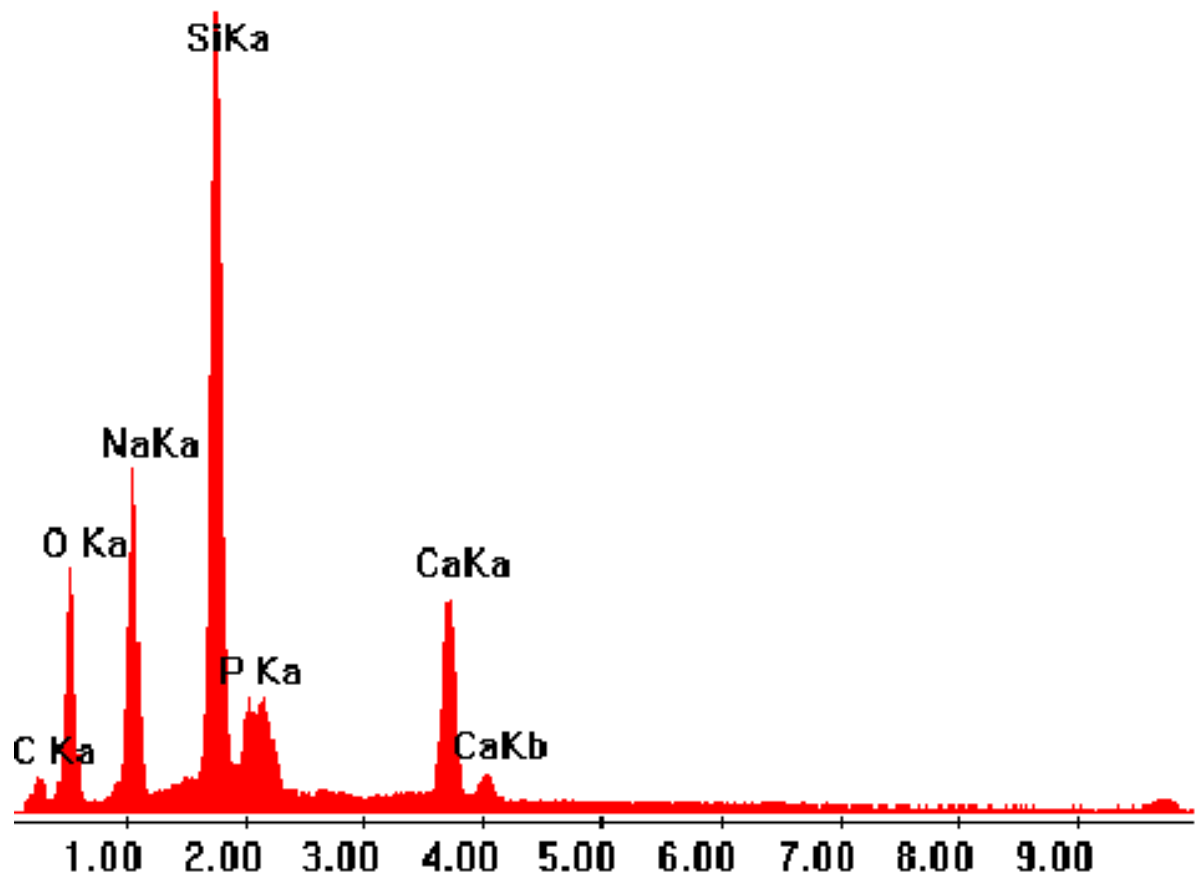


Figura 11 - Aço 1045 com 0,45% de carbono

6. Espectro Exemplo de EDS

Os espectros apresentam picos que permitem adquirir uma análise qualitativa da amostra, indicando os elementos presentes na mesma. Na tabela abaixo do espectro, pode-se observar valores em porcentagem de peso e atômica de cada elemento. Os valores de Z, A (Absorção), F (Fluorescência) e K-Ratio são valores de correção feitos pelo programa.



Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
C K	20,06	30,53	0,0362	1,0386	0,1735	1,0004
O K	35,13	40,13	0,0803	1,0212	0,2238	1,0005
NaK	13,93	11,08	0,0583	0,9558	0,4366	1,0023
SiK	19,15	12,46	0,1398	0,9789	0,7436	1,0025
P K	3,42	2,02	0,0216	0,942	0,6706	1,0017
CaK	8,3	3,79	0,0752	0,9495	0,954	1
Total	100	100				

Figura 12 – Modelo de um espectro

7. Discussão

Nas imagens obtidas por elétrons secundários (SE) observa-se a alta resolução da superfície dos materiais. Estas imagens nos fornecem informações bastante detalhadas das características microestruturais. A análise por elétrons retroespalhados fornece imagens diferenciadas de regiões com composições distintas.

Na análise química qualitativa da amostra, o espectro confirma quais os elementos presentes. Na análise quantitativa, pode-se avaliar a quantidade de cada elemento presente no material.

8. Conclusão

Neste trabalho, confirma-se a importância e a versatilidade do Microscópio Eletrônico de Varredura. A análise por MEV constitui-se uma ferramenta importante para o estudo da microestrutura, presença de defeitos e propriedades do material.

Ao utilizar-se uma microsonda acoplada ao MEV, acrescenta-se a possibilidade de efetuar-se a análise química do material.

Compreendendo o funcionamento do MEV, é possível otimizar a utilização deste instrumento para aquisição e análise das imagens e, também, obtenção e interpretação de espectros para a análise química quantitativa e qualitativa de materiais.

Com os conhecimentos adquiridos no curso de Química, foi possível o melhor entendimento do princípio de funcionamento da técnica descrita neste trabalho.

9. Bibliografia

- 1.MALISKA, A.M, Apostila Microscopia Eletrônica de Varredura – Universidade Federal de Santa Catarina – Departamento de Engenharia Mecânica – LABMAT.
- 2.MANNHEIMER,W.A, Microscopia dos Materiais, Sociedade Brasileira de Microscopia e Microanálise. Rio de Janeiro, 2002.
- 3.DAVIES, J.E. The Bone Material Interface. Ed., University of Toronto Press. 1990
- 4.SKOOG,D.A, HOLLER,F.J, NIEMAN,T.A, Princípios de Microanálise Instrumental, quinta edição, Ed. Bookman.
- 5.Imagens cedidas pela Biologia para exposição em aulas demonstrativas de MEV.
- 6.LIRA,C.,OBTENÇÃO DE ESMALTES VOTROCERÂMICOS DE ELEVADO DESEMPENHO NOS SISTEMAS $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ E $CaO-Al_2O_3-SiO_2$ –Tese de Doutorado – Florianópolis 2002.